

Analyse pollinique et datation ^{14}C de concrétions stalagmitiques holocènes : apports complémentaires des deux méthodes

Pollen Analysis and Radiocarbon Dating of Holocene Speleothems: Complementary Contribution of the Two Methods Pollenuntersuchungen und ^{14}C — Altersbestimmungen an holozänen Kalksintern: verbindliche Ergebnisse beider Methoden

Bruno Bastin et Michel Gewalt

Volume 40, numéro 2, 1986

URI : <https://id.erudit.org/iderudit/032638ar>

DOI : <https://doi.org/10.7202/032638ar>

[Aller au sommaire du numéro](#)

Éditeur(s)

Les Presses de l'Université de Montréal

ISSN

0705-7199 (imprimé)

1492-143X (numérique)

[Découvrir la revue](#)

Citer cet article

Bastin, B. & Gewalt, M. (1986). Analyse pollinique et datation ^{14}C de concrétions stalagmitiques holocènes : apports complémentaires des deux méthodes. *Géographie physique et Quaternaire*, 40(2), 185–196.
<https://doi.org/10.7202/032638ar>

Résumé de l'article

Les résultats de l'étude palynologique de 5 concrétions de grottes de Belgique sont comparés avec 15 analyses ^{14}C . Cette comparaison montre que la correction des âges ^{14}C apparents avec un facteur de dilution $q = 0,85$ fournit une très bonne concordance avec les âges déterminés sur base des successions des groupements végétaux. Au sein de la séquence pollinique couvrant la totalité de l'Holocène, une excellente concordance entre la palynologie et les datations ^{14}C corrigées a été obtenue pour les phases d'évolution de la végétation suivantes : transition Préboréal-Boréal, début et fin de l'Atlantique, extension C III de *Corylus* au Subboréal et extension F III de *Fagus* au Subatlantique. L'extension de *Tilia* coïncide avec le début de l'Atlantique et peut se poursuivre jusqu'au Subatlantique. Cette nouvelle méthode indirecte d'estimation de l'activité ^{14}C initiale (A_0) des concrétions conduit à proposer l'adoption provisoire de $A_0 = 85 \pm 5\%$ de « carbone moderne » pour la correction des âges ^{14}C apparents des concrétions stalagmitiques développées durant l'Holocène en Belgique. Trois datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ ont en outre été réalisées pour comparaison et relais avec les datations ^{14}C .

ANALYSE POLLINIQUE ET DATATION ^{14}C DE CONCRÉTIONS STALAGMITIQUES HOLOCÈNES: APPORTS COMPLÉMENTAIRES DES DEUX MÉTHODES

Bruno BASTIN et Michel GEWELT, respectivement: Laboratoire de palynologie et de dendrochronologie, Université catholique de Louvain, place Croix du Sud, 4, B-1348 Louvain-la-Neuve, Belgique, et Aspirant FNRS, Laboratoire de géomorphologie et de géologie du Quaternaire, Université de Liège, place du 20 août, 7, B-4000 Liège et Centre d'étude de l'énergie nucléaire (CEN/SCK), Département de métrologie nucléaire, Section «mesures bas niveaux», B-2400 Mol, Belgique.

RÉSUMÉ Les résultats de l'étude palynologique de 5 concrétions de grottes de Belgique sont comparés avec 15 analyses ^{14}C . Cette comparaison montre que la correction des âges ^{14}C apparents avec un facteur de dilution $q = 0,85$ fournit une très bonne concordance avec les âges déterminés sur base des successions des groupements végétaux. Au sein de la séquence pollinique couvrant la totalité de l'Holocène, une excellente concordance entre la palynologie et les datations ^{14}C corrigées a été obtenue pour les phases d'évolution de la végétation suivantes: transition Préboréal-Boréal, début et fin de l'Atlantique, extension C III de *Corylus* au Subboréal et extension F III de *Fagus* au Subatlantique. L'extension de *Tilia* coïncide avec le début de l'Atlantique et peut se poursuivre jusqu'au Subatlantique. Cette nouvelle méthode indirecte d'estimation de l'activité ^{14}C initiale (A_0) des concrétions conduit à proposer l'adoption provisoire de $A_0 = 85 \pm 5\%$ de «carbone moderne» pour la correction des âges ^{14}C apparents des concrétions stalagmitiques développées durant l'Holocène en Belgique. Trois datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ ont en outre été réalisées pour comparaison et relais avec les datations ^{14}C .

ABSTRACT Pollen analysis and radiocarbon dating of Holocene speleothems: complementary contribution of the two methods. Pollen assemblages in 5 speleothems from Belgian caves have been compared with 15 radiocarbon age determinations. Uncorrected apparent ^{14}C ages from speleothems (as well as from groundwaters and calcareous tufa) must be corrected to take into account the dilution resulting from dissolution of limestone bedrock essentially free of ^{14}C . Comparison between the characteristic floral assemblages (covering all of the Holocene) and ^{14}C data shows that the best fit between the two methods is achieved if apparent ^{14}C ages are corrected with a bedrock carbonate dilution factor $q = 0.85$. The following well dated subdivisions of the Holocene show a very good agreement between pollen assemblages and corrected ^{14}C ages in the studied samples: Preboreal-Boreal transition, begin and end of Atlantic, *Corylus* extension (C III) during Subboreal and *Fagus* extension (F III) during Subatlantic. The *Tilia* extension takes place at the beginning of the Atlantic and may locally continue up to the Subatlantic. This comparison can be considered as a new indirect estimation method for the initial ^{14}C activity in speleothems, and we propose to adopt tentatively the value $A_0 = 85 \pm 5\%$ of «modern carbon» for dating Holocene calcium carbonate cave deposits in the studied area. In addition, three uranium-series analyses have been carried out to compare with ^{14}C data.

ZUSAMMENFASSUNG Pollenuntersuchungen und ^{14}C — Altersbestimmungen an holozänen Kalksintern: verbindliche Ergebnisse beider Methoden. Pollen-spektren aus 5 Tropsteinen von belgischen Höhlen wurden mit ^{14}C -Altersbestimmungen verglichen. Konventionelle ^{14}C -Altersbestimmungen aus Tropsteinen sowie aus Grundwasser und Kalksinter müssen aufgrund eines Verdünnungsfaktors, der aus der Lösung des ^{14}C -freien Ausgangskalksteins stammt, verbessert werden. Der Vergleich von holozänen durchgehenden Pollendiagrammen und ^{14}C -Altersbestimmungen durch einen Verdünnungsfaktor der Ausgangs-karbonate von $q = 0,85$ verbessert worden ist. Die Ergebnisse von ^{14}C -Altersbestimmungen sowie Pollendiagrammen stimmen mit den folgenden gut datierten Wenden der Unterteilungen des Holozäns überein: Präboreal/Boreal Wende, Beginn und Ende des Atlantikums, subboreale Verbreitung von *Corylus* (C III) und subatlantische Verbreitung von *Fagus* (F III). *Tilia*-Verbreitung hat am Beginn des Atlantikums stattgefunden und hat sich kleinräumig bis ins Subatlantikum fortgesetzt. Dieser Vergleich führt zu einer indirekten Bestimmungsmethode von ^{14}C -Aktivität in Kalksintern. Daher wird vorgeschlagen, daß der wert $A_0 = 85 \pm 5\%$ von «modernem Karbon» zur Datierung der holozänen Kalksinter zur Zeit benutzt wird. Darüber wurden drei $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ Datierungen zur Verbindung mit ^{14}C -Daten durchgeführt.

INTRODUCTION

Depuis une douzaine d'années, l'étude palynologique et radiométrique de stalagmites et de planchers stalagmitiques prélevés dans 14 grottes de la Belgique a permis d'obtenir 115 spectres polliniques, 81 datations ^{14}C et une dizaine de datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ d'âge holocène. Grâce à ces données, notre connaissance du processus de concrétionnement stalagmitique dans le milieu karstique belge au cours des dix derniers millénaires s'affine peu à peu (DAMBLON, 1974; BASTIN *et al.*, 1977; BASTIN, 1978; QUINIF *et al.*, 1979; BASTIN, 1982; BASTIN *et al.*, 1982; BASTIN et SCHNEIDER, 1984; GEWELT, 1981; GEWELT *et al.*, 1984; GEWELT, 1985, 1986a, 1986b).

Parmi d'autres, deux questions particulièrement importantes du point de vue méthodologique restaient cependant en suspens:

1° les grands écarts de pourcentages de certains taxons (notamment du Tilleul) enregistrés pour une même période d'un site à un autre — voire d'un point de prélèvement à un

autre au sein d'une même concrétion — doivent-ils être attribués à un diachronisme ou à des différences de microclimat?

2° la correction des âges ^{14}C apparents par un facteur de dilution $q = 0,85$, pour tenir compte de la proportion de carbone mort provenant de la dissolution du substratum calcaire, est-elle bien la plus appropriée, au moins dans la majorité des cas?

Pour répondre à ces deux questions et disposer d'une séquence palynologique couvrant la totalité de l'Holocène, on a procédé à 15 datations ^{14}C (M.G.) de 13 niveaux appartenant à des séquences où l'analyse pollinique (B.B.) avait mis en évidence des successions de groupements végétaux servant classiquement de repères pour le découpage chronostratigraphique de l'Holocène (Fig. 4).

ORIGINE ET CONTEXTE DES CONCRÉTIONS ÉTUDIÉES

Les grottes où ont été prélevés les échantillons sont localisées sur la figure 1.

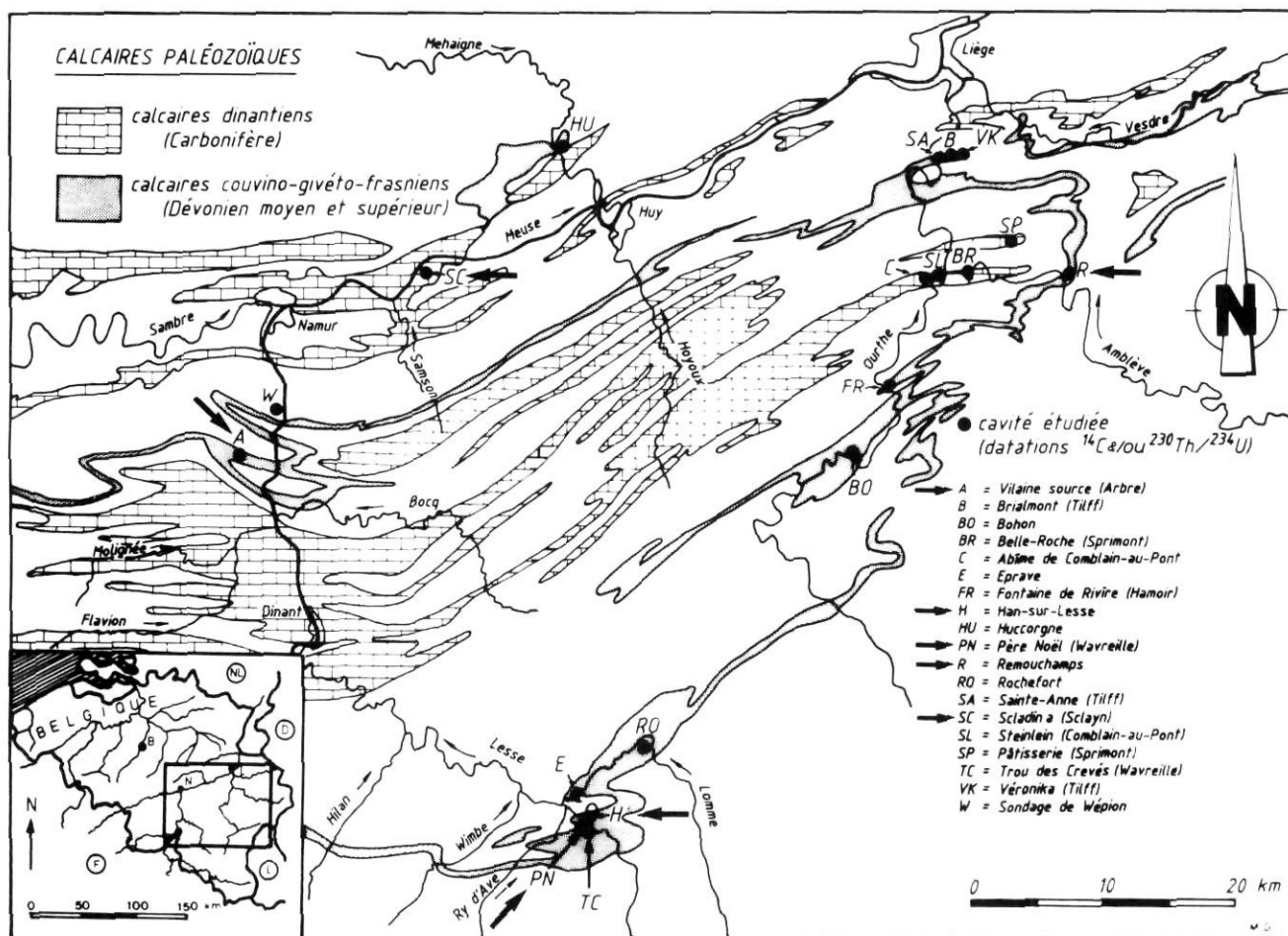


FIGURE 1. Carte des affleurements des calcaires du Paléozoïque et localisation des cavités où ont été datées des concrétions (d'après GEWELT 1986b, modifié). Les échantillons étudiés ici proviennent des grottes repérées par une flèche dans la légende.

Devonian and Carboniferous limestones outcrops; location of caves where speleothems have been dated (from GEWELT 1986b, modified). Origin of the samples from this work is shown with arrows in the caption.

1. Han-sur-Lesse, Plancher stalagmitique Hst III (fig. 2).

Cet épais plancher stalagmitique, situé dans la grotte de Han à quelque 30 m de l'entrée de la galerie des Grandes Fontaines, a été carotté *in situ* suivant la technique décrite par BASTIN *et al.* (1982). Un diagramme pollinique simplifié des échantillons B à L a été précédemment publié (BASTIN et SCHNEIDER, 1984).

2. Remouchamps, Stalagmite RSM 8

Cassée en deux morceaux, cette stalagmite de 40 cm de haut gisait dans la grotte de Remouchamps, sur le sol de la galerie du Père Éternel à environ 200 m de l'entrée. La partie sommitale de cette concrétion n'a pas été retrouvée (fig. 5). Les datations des échantillons B1 et F2, correspondant aux échantillons B et E de la palynologie, ont été publiées sous une forme légèrement différente (GEWELT, 1985 et 1986a) qui sera explicitée plus loin.

3. Arbre, Stalagmite Ast 9 (fig. 3)

Située en place à quelque 150 m de l'entrée de la grotte de la Vilaine Source, cette croûte stalagmitique d'un peu plus de 30 cm d'épaisseur en moyenne a été carottée. BASTIN *et al.* (1982) en ont publié un diagramme pollinique simplifié.

4. Belvaux, Stalagmite PNst 0

Cette stalagmite d'une quarantaine de cm de haut a été ramassée dans un éboulis de la salle du Bivouac, à environ 80 m de l'entrée de la grotte du Père Noël.

5. Sclayn, Stalagmite Sst 1

Cette petite stalagmite a été prélevée en place à quelque 15 m de l'entrée de la grotte Scladina. Un diagramme pollinique simplifié de cette concrétion a été publié précédemment (BASTIN, 1982; BASTIN et SCHNEIDER, 1984).

MÉTHODOLOGIE ET RÉSULTATS

1. LES SPECTRES POLLINIQUES

L'extraction du pollen et des spores a été effectuée sur des échantillons d'environ 200 g traités par la technique de concentration mise au point pour les stalagmites (BASTIN, 1978). Les résultats sont présentés dans la figure 4 sous la forme de diagrammes polliniques complets dans lesquels le

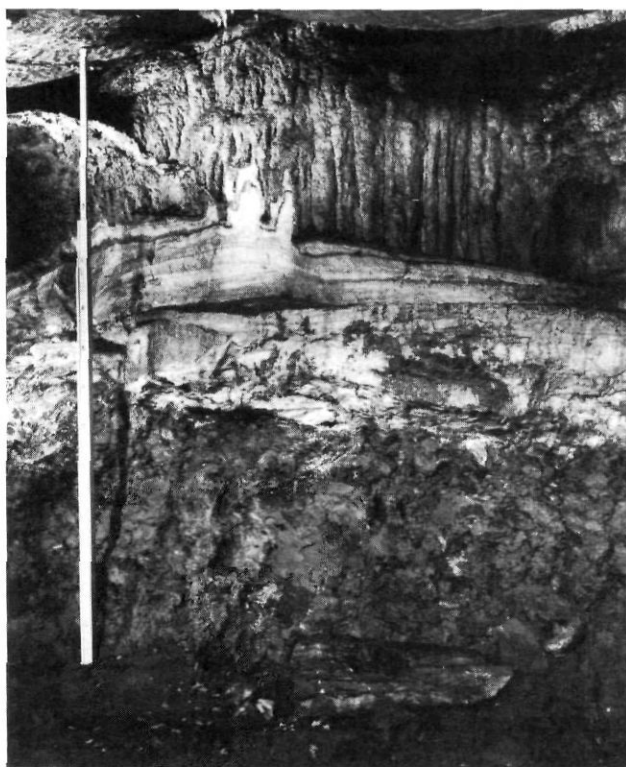


FIGURE 2. Plancher stalagmitique Hst III échantillonné dans la galerie des Grandes Fontaines de la grotte de Han. L'échelle verticale est haute de 1,55 m.

Flowstone Hst III located in the Grandes Fontaines gallery, Han-sur-Lesse cave. The vertical scale is 1,55 m high.

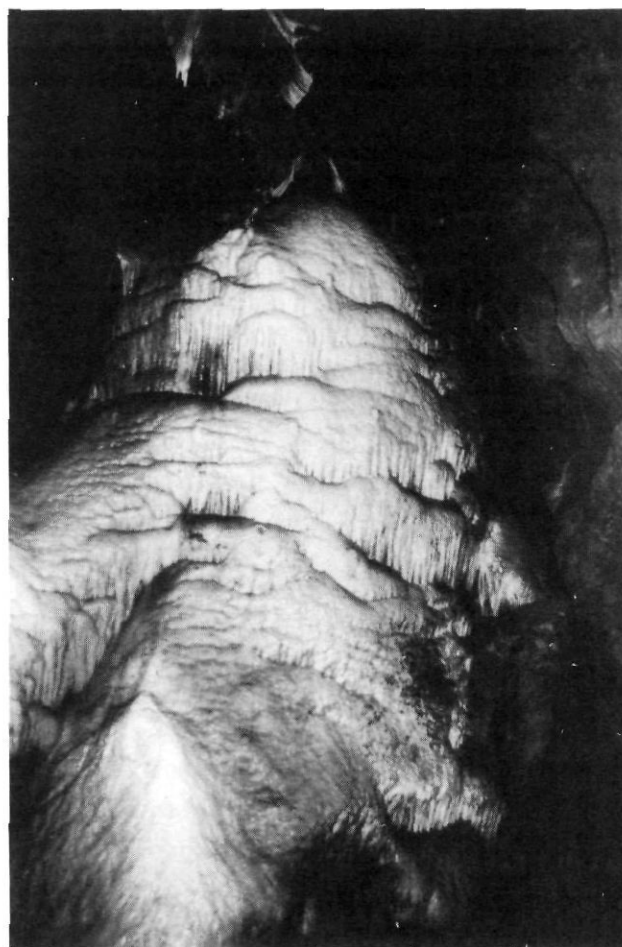


FIGURE 3. Stalagmite Ast 9 échantillonnée dans la galerie principale de la grotte de la Vilaine Source (Arbre).

Speleothem Ast 9 (stalagmitic crust with a shape of stalagmite) located in the main gallery of Vilaine Source cave (Arbre).

pollen de *Hedera* a été exclu de la somme de base des calculs de pourcentages. D'une part en effet, les pourcentages du pollen de *Hedera* sont, pour les mêmes phases palynologiques, très variables d'un site à un autre, ce qui rend malaisée la comparaison entre les diagrammes polliniques provenant de différentes concrétions stalagmitiques, si on inclut le pollen de *Hedera* dans la somme de base du calcul des pourcentages (BASTIN, 1982). D'autre part, des pourcentages élevés du pollen de *Hedera* peuvent provenir aussi bien d'une colonisation épiphytique du Lierre au sein de groupements forestiers à couvert léger que de la colonisation de roches nues, comme on peut l'observer sur les affleurements calcaires au sein desquels sont développés les réseaux karstiques. De ce fait, il est pratiquement impossible de décider à priori s'il faut incorporer le pollen de *Hedera* au pollen arboréen (A.P.) ou au pollen non arboréen (N.A.P.), ainsi que cela a précédemment été discuté (BASTIN, 1982).

2. LES DATATIONS ^{14}C

a) Technique d'analyse

Les analyses ont été réalisées dans la section «Mesures bas niveaux» du CEN/SCK à Mol. Les échantillons sont en général découpés dans la partie centrale des stalagmites. De 30 g à 45 g d'échantillon sont utilisés par analyse. Le CO_2 obtenu par acidolyse du carbonate est transformé en benzène, suivant la procédure classique, dans une ligne évacuée assez semblable (GEWELT, 1986b) à celle décrite par FONTES (1971). Le comptage du benzène (auquel on ajoute 8 mg de scintillant Butyl PBD par g de C_6H_6 synthétisé) s'effectue dans un spectromètre à scintillation liquide Inter technique SL30 monté en coïncidence et spécialement adapté à la mesure du ^{14}C . L'échantillon de benzène est placé dans un flacon de verre en borosilicate à faible teneur en potassium. Le bruit de fond est fourni par le comptage d'un flacon de benzène «mort», de poids équivalent à celui de l'échantillon. Il est compris entre 3,5 et 5 cpm suivant le volume du benzène compté.

b) L'âge ^{14}C des carbonates: le problème de l'estimation de l'activité ^{14}C initiale

Le principe de la datation ^{14}C repose sur la relation fondamentale de la radioactivité:

$$t = -\frac{1}{\lambda} \ln \frac{A}{A_0} \quad (1)$$

où λ = constante radioactive du ^{14}C : $\lambda = \frac{\ln 2}{T}$, avec comme période «conventionnelle» $T = 5568 \text{ ans}^1$.

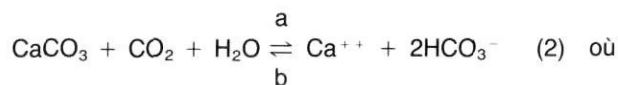
A_0 = activité ^{14}C initiale (au temps $t = 0$ et censée être restée constante et égale à l'activité du «bois moderne», c'est-à-dire à 100 % de «carbone moderne»).

A = activité ^{14}C restante au temps t qui est calculé dans la même unité que T (années).

Pour les concrétions, les âges calculés de cette façon sont des âges apparents: le carbone présent dans le carbonate précipité provient en partie du CO_2 de la biosphère (qui contient du ^{14}C) et en partie du substratum calcaire dissous (trop vieux pour encore contenir du ^{14}C).

Pour évaluer l'activité ^{14}C initiale (A_0), il faut donc estimer l'importance relative de ces deux sources de carbone. Les âges ^{14}C apparents des concrétions stalagmitiques calculés à partir de la relation (1) seront donc «trop vieux», car dans le calcul, l'activité ^{14}C initiale est prise comme égale à 100% de «carbone moderne». La proportion de carbone mort diminuant l'activité ^{14}C initiale peut être exprimée par le facteur de dilution q (VOGEL, 1970; GEYH, 1972). En conséquence, dans l'équation (1) il faut multiplier A_0 par ce facteur q , pour exprimer l'activité ^{14}C initiale.

À première vue, en ne considérant que les coefficients stoechiométriques de l'équation (2), on serait tenté de donner à q la valeur 0,5 ($A_0 \cdot q = 50 \%$)



a = dissolution du substratum calcaire, avec participation du CO_2 dissous dans l'eau.

b = précipitation de CaCO_3 à partir du bicarbonate et du calcium contenus dans l'eau.

Dans ce cas, 50 % du carbone en solution proviendraient de la dissolution du substratum calcaire et 50 % seraient issus du CO_2 de l'air du sol (biogénique).

Cette approche ne tient cependant pas compte de la complexité du système carbonate-bicarbonate, ni des phénomènes d'échange isotopique entre phases. La proportion de CO_2 d'origine biogénique dans le carbone total en solution dépendra aussi de la pression partielle en CO_2 de l'air du sol (HENDY, 1970).

La difficulté de l'estimation de l'activité ^{14}C initiale des carbonates est mise en évidence par la multiplicité des méthodes et des modèles proposés pour déterminer «l'âge» ^{14}C des eaux souterraines. On consultera notamment à ce sujet les revues très détaillées de FONTES (1980) et FONTES et GARNIER (1979). L'application des différents modèles nécessite la connaissance de nombreux paramètres physico-chimiques et isotopiques composant le carbone total dissous (CTD) (par exemple, $\delta^{13}\text{C}$ et activité ^{14}C du CO_2 du sol, du CO_2 aqueux, du bicarbonate et du carbonate solide).

Il ne s'agit pas ici de détailler ni d'utiliser cette approche, mais au contraire de proposer une méthode indirecte de l'estimation de $A_0 \cdot q$ plus empirique et basée sur la comparaison des âges ^{14}C avec les repères chronostratigraphiques fournis par la palynologie.

Remarquons néanmoins que les modèles de balance de masse (PEARSON, 1965; PEARSON et HANSHAW, 1970), appliqués à la datation des travertins (THORPE et al., 1981) paraissent fournir des corrections de l'activité initiale trop

1. Cette période «de Libby» est traditionnellement utilisée pour calculer les âges ^{14}C conventionnels. Une nouvelle détermination de T a fourni la valeur de 5730 ans (GODWIN, 1962).

importantes. De même, appliqués à la correction d'une datation ^{14}C d'une stalactite provenant d'une grotte de Gaspésie, ils fournissent une valeur de l'activité ^{14}C initiale voisine de 50 % (EK *et al.*, 1981), ce qui nous semble constituer une correction trop élevée.

Ceci est sans doute dû à ce que ces modèles considèrent généralement que la dissolution de CaCO_3 s'effectue en système fermé où le CO_2 gazeux n'est présent qu'en quantité limitée dans la zone non saturée. Ils ne tiennent pas compte non plus des facteurs de fractionnement accompagnant les réactions d'échange. Pour les concrétions stalagmitiques formées hors de la zone noyée, il doit y avoir des échanges isotopiques entre HCO_3^- et CO_2 , particulièrement dans le cas d'un système ouvert qui est toujours en contact avec la source de CO_2 . Il n'est cependant pas exclu que les deux systèmes puissent alterner. Le comportement saisonnier du système gaz carbonique-bicarbonate-carbonate-calcite, mis en évidence par DEVER *et al.* (1982) dans un sol sur craie de Champagne (système ouvert au printemps et en été, système fermé en hiver) pourrait également se répercuter sur la composition isotopique du carbone inorganique total dissous arrivant dans une grotte. On notera d'autre part que la composition isotopique en oxygène et en hydrogène des eaux de percolation dans plusieurs grottes d'Amérique du Nord est constante et qu'elle représente la composition isotopique moyenne annuelle des précipitations (YONGE *et al.*, 1985).

La mise en évidence de fluctuations saisonnières de la teneur en CO_2 de l'air des grottes a confirmé l'origine biogénique du CO_2 et établi la présence d'une circulation verticale (de bas en haut) du CO_2 à travers le réseau de fissures du substratum (EK et GEWELT, 1985). Ceci peut donc accroître la concentration en CO_2 dans l'eau au cours de sa percolation dans les fractures de la roche. Ce flux de CO_2 pourrait également s'accompagner d'un enrichissement en isotopes lourds vers le bas, par exemple par des processus de diffusion.

c) Valeurs de q utilisées pour la correction des âges ^{14}C de concrétions stalagmitiques

En comparant la teneur en ^{14}C de petites stalactites se formant actuellement avec le contenu en ^{14}C de la biosphère (170 % du « contemporain » vers 1963, en France), l'activité ^{14}C initiale de ces concrétions a été estimée à 68 % (LABEYRIE *et al.*, 1967). On a trouvé des valeurs voisines de 70 % (GEWELT, 1986a) en comparant l'activité ^{14}C du sommet de trois concrétions avec l'activité ^{14}C du sucre de Tirlémont en 1981 (MBN 164 : $121,6 \pm 0,7$ % de carbone moderne). Par contre, si l'on compare l'activité ^{14}C du sommet de ces trois mêmes concrétions avec la valeur du carbone moderne (100 %), on obtient un facteur q voisin de 0,85.

Ceci montre la difficulté d'interpréter ces résultats : la calcite récente (« actuelle ») intègre une série de couches de croissance d'âges différents. Or, l'activité ^{14}C de l'atmosphère a beaucoup varié depuis un siècle (effet de la combustion de carbone fossile à partir de la fin du siècle dernier et surtout, à partir des années cinquante, effet des essais d'armes nucléaires dans l'atmosphère). À cela s'ajoute le problème du temps de

résidence du carbone entre sa fixation par photosynthèse et sa réapparition dans le sol sous forme de CO_2 .

Dans de la calcite formée avant les premiers essais nucléaires, BROECKER et OLSON (1959) ont trouvé une activité ^{14}C initiale de 85 %.

HENDY (1970) a montré que le processus de distillation de Rayleigh provoquait un enrichissement en ^{13}C et en ^{14}C des espèces en solution, lorsque du CO_2 et de la calcite sortent de la solution. Pour quatre concrétions stalagmitiques formées en système fermé à l'équilibre isotopique et dont les $\delta^{13}\text{C}$ sont compris entre $-1,4$ ‰ et -8 ‰, il corrige les âges ^{14}C apparents avec une activité ^{14}C initiale de 85 % à 55 % respectivement.

En comparant un histogramme de datations ^{14}C de carbone organique avec un histogramme de datations ^{14}C de concrétions stalagmitiques, GEYH (1970) trouve que les pics des histogrammes présentent un décalage d'environ 1300 ans pour l'Holocène et de 800 à 1000 ans pour la fin du Pléistocène. Ceci le conduit à admettre une valeur de $q = 0,85 \pm 0,05$ pour la datation des concrétions stalagmitiques.

L'activité ^{14}C initiale de 85 % pour les concrétions stalagmitiques a encore été trouvée par FRANKE *et al.* (1958, cité par GEYH, 1972) et par GEYH et SCHILLAT (1966). Cette valeur est aussi utilisée par TALMA *et al.* (1974) et par COOKE et VERHAGEN (1977).

VOGEL (1983) trouve une bonne concordance entre les datations ^{14}C et les datations $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ d'une stalagmite en retranchant 1500 ans aux âges ^{14}C apparents (ce qui équivaut à considérer un facteur de dilution $q = 0,83$) et en les calibrant ensuite avec la courbe de SUESS (1970).

La répartition de nos datations ^{14}C (GEWELT *et al.*, 1984; GEWELT, 1985, 1986a et 1986b) montre que la reprise du concrétionnement dans les grottes de la Belgique au début de l'Holocène se marque nettement vers 10 000 BP si les âges ^{14}C apparents sont corrigés avec un facteur de dilution $q = 0,85$.

Ces arguments nous ont conduit à adopter jusqu'ici cette valeur du facteur de dilution pour corriger les âges ^{14}C apparents des concrétions stalagmitiques (GEWELT *et al.*, 1984; GEWELT, 1985, 1986a et 1986b), avant de les confronter avec les repères chronologiques fournis par l'analyse pollinique.

Enfin, il convient de signaler que des valeurs exceptionnellement basses du facteur de dilution q (entre 0,3 et 0,35) ont été trouvées (GASCOYNE et NELSON, 1983) par comparaison de datations ^{14}C et $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ dans des concrétions stalagmitiques de Castleguard Cave. Cette contribution anormalement élevée du carbone mort serait due à la présence d'une source unique de CO_2 produit par l'oxydation de dépôts riches en carbone fossile, du type schistes noirs. L'absence de CO_2 biogénique (grotte située sous un glacier) semble bien être confirmée par les valeurs très élevées du $\delta^{13}\text{C}$ de la calcite, qui sont comprises entre $-1,5$ ‰ et $+1,6$ ‰ par rapport au PDB.

d) Résultats des datations ^{14}C

Le tableau I reprend les résultats des 15 datations ^{14}C réalisées sur les concrétions stalagmitiques étudiées par la palynologie.

$A/A_0 \times 100$ représente le pourcentage de «carbone moderne» calculé par le rapport entre l'activité ^{14}C de l'échantillon (non normalisée) et A_0 qui est égale à 95 % de l'activité ^{14}C du standard du NBS (acide oxalique SRM-4990).

Les âges ^{14}C apparents sont les âges ^{14}C conventionnels calculés suivant la procédure préconisée par STUIVER et POLACH (1977) qui normalise l'activité ^{14}C des échantillons en fonction de leur $\delta^{13}\text{C}$ (exprimé par rapport au PDB):

$$A_{\text{éch. norm.}} = A_{\text{éch.}} \left(1 - \frac{2(25 + \delta^{13}\text{C})}{1000} \right)$$

Lorsque le $\delta^{13}\text{C}$ n'est pas mesuré, on a utilisé la valeur moyenne ($\delta^{13}\text{C} = -8 \pm 2\text{‰}$) préconisée par STUIVER et POLACH (1977) pour les concrétions stalagmitiques. Cette correction se résume à ajouter 275 ± 50 ans aux âges ^{14}C calculés à partir de A/A_0 .

La différence de quelques dizaines d'années entre les datations de RSM 8/F2 et RSM 8/B1 déjà publiées (GEWELT, 1985 et 1986a) et les valeurs présentées ici s'explique par l'utilisation, avant que les $\delta^{13}\text{C}$ ne soient effectivement mesurés, du $\delta^{13}\text{C}$ moyen estimé ($-8 \pm 2\text{‰}$).

Les âges ^{14}C sont corrigés en utilisant le facteur de dilution $q = 0,85$. En considérant l'erreur associée à l'incertitude sur l'activité ^{14}C initiale ($\pm 5\%$), l'erreur arrondie sur les âges

serait de ± 500 ans. Néanmoins, dans la discussion qui suit, nous utiliserons les âges corrigés pour $q = 0,85$ et l'erreur statistique conventionnelle, afin de mieux apprécier les correspondances ou les discordances avec les données de la palynologie.

L'activité ^{14}C des échantillons RSM 8/A et Hst III/2 est proche de la limite de détection et un âge minimal a été calculé en ajoutant 2σ à l'activité ^{14}C de ces échantillons.

L'âge moyen (7345 ± 70 BP = MBN 200/302) des couches latérales (RSM 8/T) et centrales (RSM 8/F2) de la partie supérieure de la stalagmite RSM 8 a été calculé à partir des deux datations ^{14}C (MBN 200 et MBN 302).

Les datations ^{14}C n'ont pas été étalonnées avec les courbes de calibration dendrochronologiques, car les âges ^{14}C du carbone organique (tourbe et bois) servant de référence pour la division chronostratigraphique de l'Holocène ne sont pas non plus corrigés de cette façon.

On notera enfin que les activités ^{14}C (tabl. I) augmentent de la base vers le sommet, en concordance avec la stratigraphie interne des concrétions stalagmitiques étudiées.

3. LES DATATIONS $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$

La méthode de datation par $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ mise au point au CEN/SCK de Mol dans la section «Mesures bas niveaux» a été décrite ailleurs (GEWELT, 1985 et 1986b; HURTGEN *et al.*, 1985). Les échantillons sont dissous dans HNO_3 concentré. L'uranium et le thorium sont extraits dans une phase organique, puis séparés sur colonne échangeuse d'ions. Après électro-déposition, ils sont comptés séparément en spectrométrie α ,

TABLEAU I
Résultats des analyses ^{14}C

N° échantillons Palyno.	N° labo. Datations	(Mol)	$A/A_0 \times 100$ $\pm 1\sigma$	$\delta^{13}\text{C}$ (‰ PDB)	Âge ^{14}C apparent (conventionnel) ans BP	Âge ^{14}C corrigé ($q = 0,85$) ans BP	Commentaire
Sst 1/F	Sst 1/F	MBN 269	$80,81 \pm 0,64$	*	1990 ± 80	680 ± 80	sommet
Sst 1/A	Sst 1/A	MBN 268	$58,39 \pm 0,52$	*	4600 ± 90	3290 ± 90	base
PNst O/H	PNst O/5	MBN 272	$54,23 \pm 0,48$	*	5190 ± 85	3880 ± 85	tiers supérieur
Ast 9/B	Ast 9/1	MBN 267	$34,58 \pm 0,34$	*	8810 ± 95	7500 ± 95	base
RSM 8/E	RSM 8/T	MBN 302	$35,75 \pm 0,44$	$-10,1$	8505 ± 100	7200 ± 100	} 7345 ± 70 : âge moyen de la partie supérieure
	RSM 8/F2	MBN 200	$34,50 \pm 0,40$	$-10,1$	8790 ± 105	7490 ± 105	
	RSM 8/B2	MBN 189	$31,90 \pm 0,40$	$-10,4$	9420 ± 110	8120 ± 110	
RSM 8/B	RSM 8/B1	MBN 192	$27,20 \pm 0,30$	$-10,4$	10700 ± 105	9390 ± 105	couches lat. au-dessus hiatus
RSM 8/A	RSM 8/A	MBN 188	$0,60 \pm 0,20$	$-10,6$	> 36800	—	4 cm au-dessus hiatus «base» (voir datation Th/U)
Hst III/M	Hst III/13	MBN 220	$64,27 \pm 0,55$	*	3830 ± 85	2520 ± 85	sommet
Hst III/L	Hst III/12	MBN 252	$51,07 \pm 0,52$	*	5670 ± 100	4370 ± 100	tiers supérieur
Hst III/H	Hst III/8	MBN 262	$34,40 \pm 0,36$	*	8850 ± 100	7540 ± 100	milieu
Hst III/E	Hst III/5	MBN 264	$29,83 \pm 0,33$	*	9990 ± 100	8690 ± 100	
Hst III/D	Hst III/4	MBN 263	$28,84 \pm 0,32$	*	10260 ± 105	8960 ± 105	tiers inférieur
Hst III/B	Hst III/2	MBN 261	$0,94 \pm 0,18$	*	> 34900	—	«base» (voir datation Th/U)

Légende. MBN = Mol, «Mesures bas niveaux», CEN/SCK.

* = $\delta^{13}\text{C}$ non mesuré: la valeur moyenne ($-8 \pm 2\text{‰}$) préconisée pour les concrétions stalagmitiques par STUIVER et POLACH (1977) a été utilisée pour le calcul des âges ^{14}C conventionnels.

Erreur sur $\delta^{13}\text{C}$ mesuré: $1\sigma = 0,1\text{‰}$.

pendant 500 000 secondes. Les rendements chimiques sont connus grâce à l'addition de traceurs radioactifs (^{232}U et ^{229}Th) au début du traitement.

Deux échantillons dépassant la limite de sensibilité de la datation ^{14}C ont été analysés, ainsi qu'un échantillon de la partie supérieure de RSM 8, correspondant à l'échantillon RSM 8/T daté par ^{14}C . Les résultats des analyses sont reportés dans le tableau II.

Les rendements chimiques des trois analyses sont compris entre 55 et 89 % pour l'uranium, et entre 49 et 72 % pour le thorium. Deux des trois échantillons sont constitués de calcite très pure, comme l'indiquent les rapports $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ élevés. Par contre, une légère «contamination» par du thorium exogène d'origine détritique peut être mise en cause dans l'échantillon RSM 8/T ($^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th} = 32 \pm 6$).

Les rapports ($^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$)₀ initiaux trouvés au sein de la stalagmite RSM 8 sont différents, selon que la calcite s'est formée pendant l'Holocène ou le stade isotopique 5.

COMMENTAIRES DES RÉSULTATS (Fig. 4)

1. HAN-SUR-LESSE, PLANCHER STALAGMITIQUE Hst III

Tel qu'il était publié sous sa forme initiale (BASTIN et SCHNEIDER, 1984), le diagramme pollinique semblait essentiellement refléter la succession de deux groupements forestiers végétaux, dont le premier (échantillons B-D) était principalement caractérisé par la dominance de *Pinus* et *Betula*, le second (échantillons E-L) étant caractérisé par la constante dominance de *Corylus*, puis à partir de l'échantillon H par l'apparition de *Tilia* en courbe continue mais avec des pourcentages relativement peu élevés (8 % maximum). Les trois premiers spectres polliniques étaient alors rapportés au Préboréal, cependant que pour les huit spectres sus-jacents était proposée l'alternative :

- a) soit du Boréal (E-G) suivi de l'Atlantique (H-L), au cours duquel le Tilleul n'aurait alors connu qu'une très faible extension;
- b) soit du seul Boréal (E-L), en envisageant alors une immigration précoce du Tilleul en région calcaire.

En vue d'affiner et de renforcer l'interprétation de ce diagramme pollinique, de nouveaux comptages du pollen et des

spores furent entrepris (B.B.), cependant que six échantillons étaient soumis à la datation ^{14}C (M.G.) dans le but : de préciser l'âge du début et de la fin du concrétionnement, de vérifier la fixation de la limite Préboréal-Boréal entre les échantillons D et E, et de dater avec précision l'extension du Tilleul à partir de l'échantillon H.

Pour inattendue qu'elle était a priori, la datation $> 34\ 900$ BP (MBN 261) obtenue pour l'échantillon B fut par la suite confirmée à la fois palynologiquement par l'obtention dans l'échantillon A d'un spectre à dominance de *Corylus*, et radiométriquement par la datation $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ de cet échantillon A, fournissant un âge de $52\ 100 \pm 3100$ BP (GEWELT, 1986b).

La fixation entre les échantillons D et E de la transition palynologique entre le Préboréal et le Boréal, classiquement située dans la littérature aux alentours de 8650 BP (VAN ZEIST, 1955; MUNAUT, 1967), est confirmée par les datations 8960 ± 105 BP (MBN 263) pour l'échantillon D, et 8690 ± 100 BP (MBN 264) pour l'échantillon E.

Les datations 7540 ± 100 BP (MBN 262) pour l'échantillon H dans lequel *Tilia* apparaît pour la première fois, et 4370 ± 100 BP (MBN 252) pour l'échantillon L dans lequel *Tilia* atteint 7,1 %, montrent que l'extension du Tilleul, si faible soit-elle, est incontestablement d'âge atlantique.

La présence dans l'échantillon M de 1 % de Céréales et de 2,6 % de *Plantago* reflète une action anthropique pouvant tout aussi bien être d'âge subboréal que subatlantique, en raison du faible pourcentage de pollen de *Fagus* (0,5 %). La datation 2520 ± 85 BP (MBN 220) obtenue pour cet échantillon montre d'une part que la construction de ce plancher stalagmitique s'est interrompue durant tout le Subboréal, et d'autre part qu'après une petite reprise de croissance, ce plancher s'est définitivement arrêté de croître au tout début du Subatlantique.

2. REMOUCHAMPS, STALAGMITE RSM 8

Deux phases palynologiques ont été mises en évidence dans cette stalagmite de part et d'autre d'une discordance, bien visible au sein de la calcite en section longitudinale, traduisant un arrêt de concrétionnement entre l'échantillon A d'une part et les échantillons B à E d'autre part (fig. 5). L'hiatus

TABLEAU II

Concentration en uranium, rapports d'activité U et Th et âges $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ mesurés dans les concrétions stalagmitiques RSM 8 et Hst III (voir tableau I pour comparaison avec les datations ^{14}C)

N° éch.	[U] ppm $\pm 1\sigma$	$^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ $\pm 1\sigma$	($^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$) ₀ $\pm 1\sigma$	$^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th}$ $\pm 1\sigma$	$^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ $\pm 1\sigma$	Age $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ ($\times 1000$ ans BP)	Localisation
RSM 8/T	0,121 \pm 0,003	1,824 \pm 0,063	1,843 \pm 0,066	32 \pm 6	0,063 \pm 0,003	7,2 \pm 0,45	partie supérieure
RSM 8/A	0,093 \pm 0,002	1,328 \pm 0,042	1,435 \pm 0,074	100 \pm 13	0,668 \pm 0,021	115 \pm 10 – 9	base
Hst III/B	0,224 \pm 0,006	1,626 \pm 0,057	1,726 \pm 0,074	284 \pm 54	0,385 \pm 0,012	52,1 \pm 3,1	«base»

Les erreurs ($\pm 1\sigma$) sont celles de la statistique de comptage

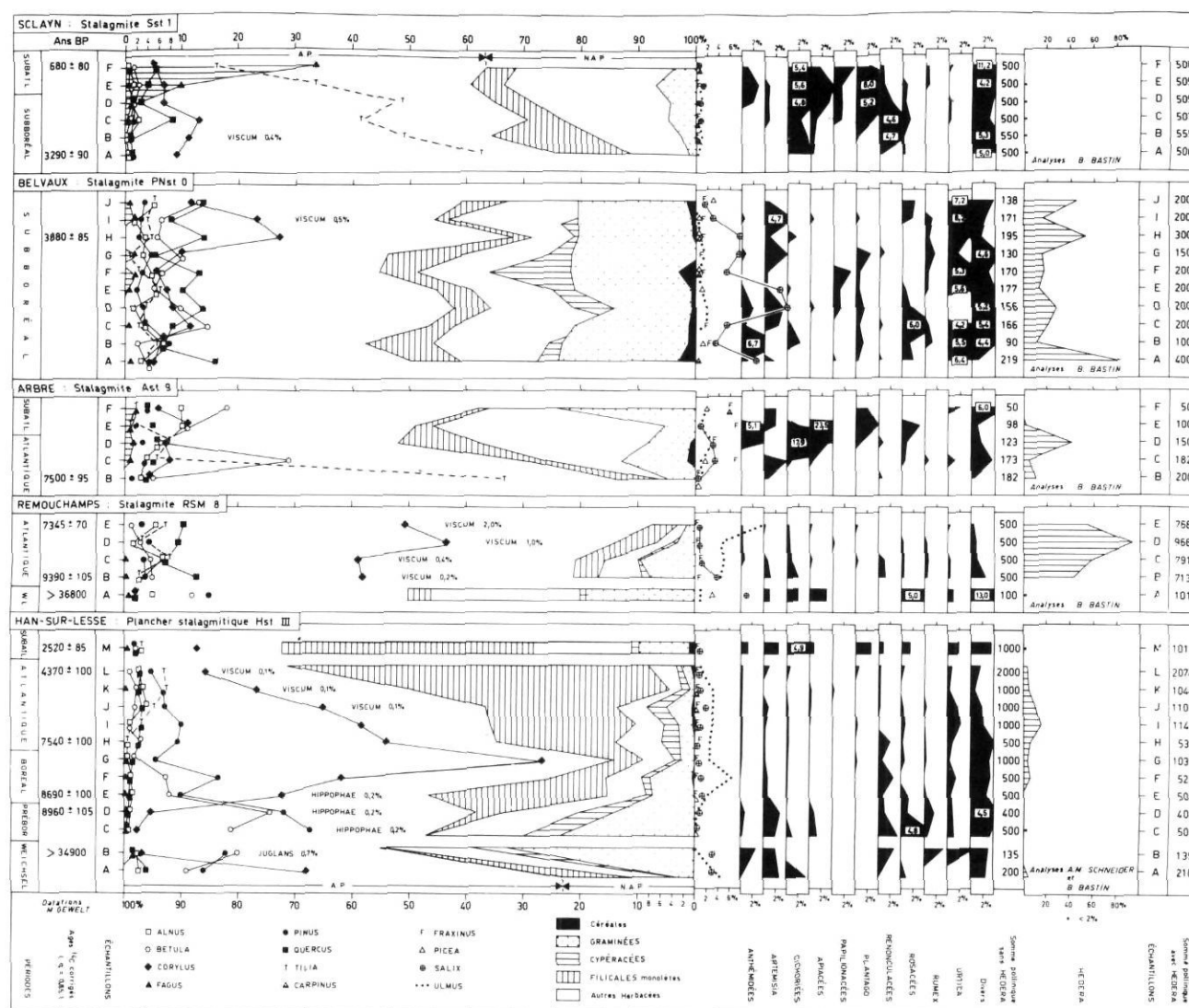


FIGURE 4. Spectres polliniques et âges ^{14}C corrigés ($q = 0,85$) obtenus dans les concrétions stalagmitiques étudiées.

Pollen spectra and corrected ^{14}C ages (with a bedrock dilution factor $q = 0,85$) of the studied speleothems.

de croissance, confirmé par les datations radiométriques, s'est étendu sur une période d'environ 100 000 ans.

L'échantillon A, pauvre en pollen, a fourni un spectre pollinique reflétant une végétation assez ouverte dans laquelle *Pinus* (15 %), *Betula* (12 %) et *Salix* (9 %) dominent parmi les arbres, cependant que les Graminées (19 %) dominent nettement parmi les plantes herbacées, et que *Hedera* n'atteint que 1 %. Daté de $> 36\,800$ BP (MBN 188) par le ^{14}C , cet échantillon a fourni une datation $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ de $115\,000 \pm 10\,000$ BP (GEWELT, 1985), ce qui permet de rapporter la base de cette stalagmite et son spectre pollinique au stade isotopique 5e.

Les échantillons B à E, très riches en pollen, ont fourni des spectres polliniques très homogènes, témoignant d'une seconde phase palynologique dont les principales caractéristiques sont la forte dominance de *Corylus* (47 % en moyenne), les pourcentages assez élevés de *Quercus* (10 %),

Ulmus (6,5 %), *Tilia* (5 %) et *Alnus* (4 %), ainsi que la présence constante de près de 1 % de *Viscum* et de 62 % de *Hedera*. Tous ces traits plaident en faveur d'un âge atlantique pour cette partie de la stalagmite, ce qui conduit à considérer que les datations 9390 ± 105 BP (MBN 192) de l'échantillon B et 7345 ± 70 BP (MBN 200/302) de l'échantillon E seraient quelque 2000 ans «trop vieilles». Une des hypothèses serait que dans le cas de cette stalagmite, la proportion de carbone mort issu de la dissolution du substratum soit plus élevée, et pour être en accord avec l'étude palynologique il faudrait alors corriger les âges ^{14}C apparents par un facteur de dilution $q = 0,65$, ce qui conférerait aux échantillons B et E un âge de 7240 BP et 5190 BP respectivement.

Cependant, la datation $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ de 7200 ± 450 BP obtenue pour l'échantillon RSM 8/T prélevé dans la partie supérieure de la stalagmite paraît confirmer les âges ^{14}C corrigés pour $q = 0,85$. Ceci appelle deux remarques:

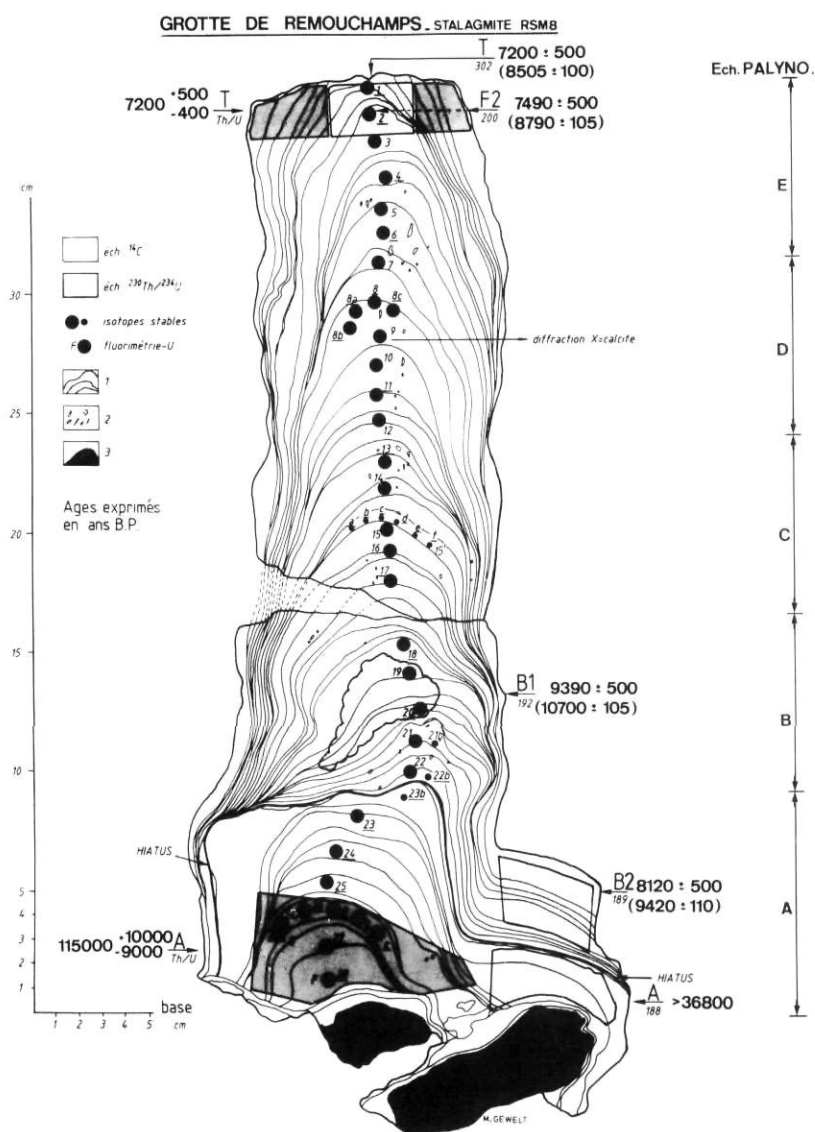


FIGURE 5. Coupe longitudinale de la stalagmite RSM 8. Morphologie, microstratigraphie et localisation des échantillons analysés. Légende: 1) couches de croissance principales; 2) calcite vacuolaire; 3) fragment de calcaire frasien cimenté par de la calcite stalagmitique. Les âges ^{14}C sont corrigés avec un facteur de dilution $q = 0,85 \pm 0,05$ et les âges ^{14}C conventionnels sont indiqués entre parenthèses. Les variations de l'orientation de l'axe de croissance sont probablement liées au développement de la concrétion sur un éboulis. D'après GEWELT (1986b).

Axial section through stalagmite RSM 8 (Remouchamps cave). Morphology and samples location. Legend: 1) main growth layers; 2) calcite with vacuoles; 3) Frasnian limestone fragment cemented with dripstone calcite. Radiocarbon ages are corrected with a bedrock dilution factor $q = 0.85 \pm 0.05$. Conventional ^{14}C ages are between brackets. Orientation variations of the growth axis is probably related to the speleothem's development on fallen blocks. From GEWELT (1986b).

a) La datation $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ d'échantillons jeunes est délicate puisqu'ils contiennent très peu de ^{230}Th . Le rapport $^{230}\text{Th}/^{232}\text{Th} = 32 \pm 6$ pourrait indiquer une légère contamination en thorium d'origine détritique, conduisant sans doute au calcul d'un âge $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ trop élevé. Nous avons d'ailleurs trouvé plusieurs concrétions stalagmitiques holocènes pauvres en uranium dont les âges $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ sont un peu plus élevés que les âges ^{14}C corrigés avec le facteur de dilution $q = 0,85$ (GEWELT, 1986b).

b) Dans le cas particulier de cette stalagmite, il est possible que les échantillons étudiés par la palynologie diffèrent des échantillons datés, dans la mesure où ils pourraient intégrer un plus grand nombre de couches de croissance externes (plus jeunes). Ceci impliquerait alors que les spectres polliniques obtenus dans la partie holocène de RSM 8 intégreraient de la calcite plus récente, ne correspondant pas parfaitement

à celle qui a été datée. Cette hypothèse n'est sans doute pas à exclure et dans ces conditions, il ne serait pas nécessaire d'utiliser pour cette stalagmite une valeur de l'activité ^{14}C initiale inférieure à $85 \pm 0,5\%$. Les $\delta^{13}\text{C}$ mesurés (environ -10%) ne semblent pas indiquer une contribution anormalement élevée du carbone issu de la dissolution du substratum ($\delta^{13}\text{C}$ du calcaire frasien dans la grotte de Remouchamps = $-1,4\%$; GEWELT, 1978). Ils pourraient refléter des processus d'enrichissement en isotopes lourds, dus par exemple à un fractionnement cinétique entre le bicarbonate et le CO_2 dissous causé par un dégazage rapide de la solution.

L'application du modèle de balance de masse de PEARSON (1965) conduit à trouver pour les échantillons de RSM 8 des valeurs de q égales à 0,39, 0,40 et 0,41, respectivement de la base vers le sommet de la stalagmite. Ces valeurs nous

semblent surestimer la dilution de l'activité ^{14}C initiale, probablement d'un facteur 2 environ.

On notera enfin que la datation des couches de croissance latérales (RSM 8/B2) situées au-dessus de l'hiatus (fig. 5) a donné un âge ^{14}C corrigé pour $q = 0,85$ (8120 ± 110 BP, MBN 189) voisin de l'âge ^{14}C moyen des échantillons B1, F2 et T. Ceci augmente la cohérence des résultats ^{14}C obtenus pour cette stalagmite, sans évidemment fournir d'indication supplémentaire sur la correction à adopter. Il semblerait cependant que $A_0 \cdot q$ n'ait pas varié de façon significative durant la croissance holocène de cette stalagmite.

3. ARBRE, STALAGMITE Ast 9

Nous avons précédemment émis l'hypothèse que les spectres polliniques B à D reflétaient l'évolution de la végétation durant la plus grande partie de la période atlantique, au début de laquelle avait dû commencer à s'édifier la croûte stalagmitique Ast 9 (BASTIN *et al.*, 1982). Il semblait dès lors intéressant de vérifier radiométriquement cette hypothèse, tout en datant avec précision le spectre pollinique B caractérisé par l'un des plus forts pourcentages de *Tilia* (66,5 %) obtenus jusqu'à présent dans des concrétions stalagmitiques.

La datation 7500 ± 95 BP (MBN 267) de l'échantillon B confirme que la croissance de la croûte stalagmitique Ast 9 a commencé au tout début de l'Atlantique, classiquement situé vers 7450 BP dans la littérature. Cette datation suggère en outre que l'extension atlantique du Tilleul a pu localement ne prendre que quelques dizaines d'années, mais il ne faut pas perdre de vue une possible surreprésentation de *Tilia*, pouvant provenir de la localisation de la zone d'alimentation en eau (et donc en pollen) de cette concrétion sous la couronne d'un ou de plusieurs Tilleuls, ainsi que nous l'avons envisagé précédemment (BASTIN *et al.*, 1982).

4. BELVAUX, STALAGMITE PNst O

Les dix spectres polliniques de cette stalagmite reflètent une végétation forestière très diversifiée, dont les principales composantes sont *Corylus* (11,6 %), *Quercus* (10,8 %), *Betula* (7,7 %), *Tilia* (3,9 %) et *Alnus* (3,8 %), auxquels s'ajoute *Hedera* (30,4 %). En tenant compte en outre de la présence de pollen de Céréales (1,2 %) en courbe continue (*sensu* BASTIN, 1979), ainsi que de *Fagus* (0,8 %) et de *Carpinus* (0,6 %) en courbe discontinue (*id.*), il y avait tout lieu de penser que l'édification de cette stalagmite s'était faite au Subboréal. Cette période se marquant dans plusieurs concrétions par un arrêt de croissance, il devenait particulièrement intéressant de vérifier radiométriquement l'âge subboréal de cette stalagmite, et de dater de façon précise l'extension de *Corylus* enregistrée dans les échantillons H et I.

En Belgique, un des maximums de *Corylus*, le C III des palynologues, est classiquement daté d'environ 3700 BP (GILLOT *et al.*, 1969), avec des extrêmes de 3890 BP (Lv 96) et 3380 BP (Lv 154). La datation 3880 BP (MBN 272) de l'échantillon H s'intègre parfaitement à ces données, d'autant plus que dans l'échantillon I *Corylus* atteint encore 23,4 %, soit une valeur très proche des 27,2 % qu'il atteint dans

l'échantillon H. Grâce au ^{14}C , il a donc été possible de dater avec précision l'enregistrement au sein d'une stalagmite du C III, une extension caractéristique de *Corylus* au Subboréal qui constitue de ce fait un élément intervenant classiquement dans l'interprétation des diagrammes polliniques.

5. SCLAYN, STALAGMITE Sst 1

De la base au sommet du diagramme pollinique sont enregistrées d'une part une régression progressive de *Tilia*, qui passe de 62,6 % en A à 16,2 % en F, et d'autre part l'extension de *Fagus*, qui est absent en A et B puis passe de 0,2 % en C à 33,6 % en F. Avec respectivement 10 % et 33,6 % de *Fagus*, les spectres E et F ont été précédemment rapportés au Subatlantique (BASTIN et SCHNEIDER, 1984), cependant que pour les spectres A à D était proposée l'alternative soit du seul Subboréal, soit d'une succession Atlantique-Subboréal.

La datation 3290 ± 90 BP (MBN 268) obtenue pour l'échantillon A situe le début de la croissance de cette stalagmite dans le dernier tiers du Subboréal. La datation 680 ± 80 BP (MBN 269) obtenue pour l'échantillon F permet de rapporter le maximum atteint par *Fagus* dans ce spectre au F III des palynologues, classiquement situé en Belgique vers 700 BP (GILLOT *et al.*, 1969).

Remarquons que le découpage chronostratigraphique de ce diagramme pollinique a été fait sur la base des seuls critères palynologiques, et plus particulièrement de l'extension de *Fagus*, qui passe de 1 % seulement en D à 10 % en E. Si l'on tient compte des deux datations ^{14}C et que l'on suppose constante la vitesse de croissance de cette stalagmite, la limite entre le Subboréal et le Subatlantique devrait plutôt être placée entre les échantillons B et C. La courbe de *Plantago* pourrait être un argument en faveur de cette autre interprétation, car on soulignera que *Plantago* n'atteint en moyenne que 0,2 % en A et B, contre 4,6 % dans les spectres C à F où il dépasse toujours 2 %, comme c'était le cas dans les spectres rapportés au Subatlantique de Ast 9 d'une part, et de Hst III d'autre part. Ces forts pourcentages subatlantiques de *Plantago* pourraient cependant n'être qu'un phénomène local, comme en témoignent les pourcentages un peu plus faibles de *Plantago* dans les spectres rapportés au Subatlantique de Hst 4, Ast 4 et PNst 1 (BASTIN, 1982).

DISCUSSION: COMPLÉMENTARITÉ DES DATATIONS ^{14}C ET DE L'ANALYSE POLLINIQUE DE CONCRÉTIONS STALAGMITIQUES

La datation ^{14}C d'un certain nombre de spectres polliniques obtenus dans des concrétions stalagmitiques dont la croissance couvrait une partie de l'Holocène permet de présenter pour cette période une séquence pollinique complète, dans laquelle sont particulièrement bien datés: la transition Préboréal-Boréal (Hst III/D-E), le début de l'Atlantique (Hst III/H, Ast 9/B), la fin de l'Atlantique (Hst III/L), l'extension C III de *Corylus* au Subboréal (PNst O/H) et l'extension F III de *Fagus* au Subatlantique (Sst 1/F).

Certaines de ces datations ont en outre permis de vérifier que l'extension de *Tilia* coïncidait bien avec le début de l'Atlantique, et pouvait localement se poursuivre jusque dans le Subatlantique comme nous l'avions supposé précédemment (BASTIN *et al.*, 1977; BASTIN, 1982; BASTIN *et al.*, 1982; BASTIN et SCHNEIDER, 1984).

Deux datations ^{14}C ont attiré notre attention sur l'ancienneté de spectres polliniques ultérieurement datés par $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$ de $115\,000 \pm 10\,000$ BP et de $52\,000 \pm 3100$ BP (GEWELT, 1985 et 1986b).

L'analyse pollinique de concrétions stalagmitiques datées par le ^{14}C a permis de montrer que la correction des âges ^{14}C apparents par un facteur de dilution $q = 0,85$ offrait, pour la majorité des échantillons étudiés, une bonne concordance avec les âges déterminés sur base des successions des groupements végétaux, ceux-ci constituant des repères chronostratigraphiques bien datés pour l'Holocène.

Il faut évidemment être certain de ce que les différents types d'analyse (pollinique, ^{14}C , $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$) portent sur des parties strictement analogues des concrétions. Dans cette mesure, l'étude comparative entreprise ici peut être considérée comme une nouvelle méthode indirecte de l'estimation de l'activité ^{14}C initiale des concrétions stalagmitiques.

Les résultats obtenus nous permettent de proposer l'adoption provisoire du facteur de dilution $q = 0,85 \pm 0,05$ pour corriger les âges ^{14}C apparents des concrétions stalagmitiques holocènes de la Belgique.

CONCLUSION

La très bonne concordance obtenue dans cette étude entre deux méthodes distinctes — la palynologie et les datations radiométriques — milite en faveur de leur fiabilité respective. La datation ^{14}C des concrétions stalagmitiques «jeunes» semble devoir être réhabilitée, puisque depuis une dizaine d'années elle s'était quelque peu effacée devant l'essor des méthodes de datation par les descendants des familles de l'uranium qui peuvent couvrir une gamme de temps de 5 à 10 fois plus étendue, mais qui sont peu fiables pour des échantillons d'âge inférieur à 5000 ans et pauvres en uranium.

L'estimation correcte de l'activité ^{14}C initiale est évidemment fondamentale pour la traduction des mesures ^{14}C en termes d'âges. Le facteur de dilution adopté ici ($q = 0,85 \pm 0,05$) est cependant susceptible de varier régionalement, en fonction par exemple des vicissitudes climatiques du passé ou de la lithologie locale. Il serait d'ailleurs utile de pouvoir disposer en Belgique des moyens d'investigation (mesure en spectrométrie de masse des $\delta^{13}\text{C}$ et $\delta^{18}\text{O}$ dans les différentes composantes du système $\text{CO}_2\text{-H}_2\text{O-carbonate}$) pour tester et comparer les autres méthodes d'estimation de l'activité ^{14}C initiale.

S'il en était encore besoin, les résultats présentés dans cet article montrent de façon exemplaire la nécessité du caractère interdisciplinaire des recherches touchant au domaine de la géologie du Quaternaire.

REMERCIEMENTS

Cette recherche a bénéficié de l'aide financière de la Commission des Communautés européennes (contrat n° CLI-103-B (RS)) accordée au professeur A. Pissart et à M. Gewelt, ainsi que de crédits aux chercheurs accordés par le FNRS. Nous remercions le CEN/SCK à Mol, et plus particulièrement le Dr. G. Koch, qui a donné à l'un d'entre nous (M.G.) l'accès aux laboratoires ^{14}C et U-Th de la section «Mesures bas niveaux». Les $\delta^{13}\text{C}$ de la stalagmite RSM 8 ont été mesurés par le Laboratoire d'hydrologie et de géochimie isotopique de l'Université de Paris-Sud (Orsay) grâce à l'obligeance du professeur J. C. Fontes.

Enfin, il nous est agréable de remercier les institutions qui nous ont permis d'entreprendre nos recherches dans les grottes dont elles assurent la gestion: la S. A. Grottes de Han-sur-Lesse et de Rochefort, la S. A. des Grottes de Remouchamps, la Société spéléologique de Namur et le Cercle archéologique de Sclayn, ainsi que Mme Marie-Anne Geurts et un lecteur anonyme pour leurs commentaires sur la première version du manuscrit.

RÉFÉRENCES

- BASTIN, B. (1978): L'analyse pollinique des stalagmites: une nouvelle possibilité d'approche des fluctuations climatiques du Quaternaire, *Annales de la Société géologique de Belgique*, 101, p. 13-19.
- (1979): Essai de définition d'une terminologie précise applicable au commentaire des diagrammes polliniques se rapportant au Quaternaire, *Bulletin de la Société royale de Botanique de Belgique*, 112, p. 7-12.
- (1982): Premier bilan de l'analyse pollinique de stalagmites holocènes en provenance de grottes belges, *Revue belge de Géographie*, 106 (1), p. 87-97.
- BASTIN, B., DUPUIS, C. et QUINIF, Y. (1977): Preliminary results of the application of Quaternary geological methods to speleogenetic studies of a Belgian cave, *Proceedings 7th International Speleology Congress, Sheffield, England*, p. 24-28.
- (1982): Étude microstratigraphique et palynologique d'une croûte stalagmitique de la Grotte de la Vilaine Source (Arbre, Belgique): méthodologie et résultats, *Revue belge de Géographie*, 106 (1), p. 109-120.
- BASTIN, B. et SCHNEIDER, A. M. (1984): Palynologie, in «Le Karst belge», *Kölner geographische Arbeiten*, 45, p. 87-93.
- BROECKER, W. S. et OLSON, E. A. (1959): ^{14}C dating of cave formations, *N.S.S. Bulletin*, 21 (1), p. 43.
- COOKE, H. J. et VERHAGEN, B. T. (1977): The dating of cave development — an example from Botswana, *Proceedings 7th International Speleology Congress, Sheffield, England*, p. 122-124.
- DAMBLOU, F. (1974): Observations palynologiques dans la Grotte de Remouchamps, *Bulletin de la Société royale belge d'Anthropologie et de Préhistoire*, 85, p. 131-155.
- DEVER, L., DURAND, R., FONTES, J. C. et VACHIER, P. (1982): Géochimie et teneurs isotopiques des systèmes saisonniers de dissolution de la calcite dans un sol sur craie, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 46, p. 1947-1956.

- EK, C., HILLAIRE-MARCEL, C. et TRUDEL, B. (1981): Sédimentologie et paléoclimatologie isotopique dans une grotte de Gaspésie, Québec, *Géographie physique et Quaternaire*, 35 (3), p. 317-328.
- EK, C. et GEWELT, M. (1985): Carbon dioxide in cave atmospheres. New results in Belgium and comparison with some other countries, *Earth Surface Processes and Landforms*, 10, p. 173-187.
- FONTES, J. C. (1971): Un ensemble destiné à la mesure de l'activité du radiocarbone naturel par scintillation liquide, *Revue de Géographie physique et de Géologie dynamique*, 13 (1), p. 67-86.
- (1980): Hydrogéologie, un champ privilégié de l'application des isotopes du milieu: «l'âge» des eaux souterraines, in *Implications de l'hydrogéologie dans les autres sciences de la terre*, I.H.E.S. Symposium, Montpellier (1978), p. 589-590 et h.t. 1-39.
- FONTES, J. C. et GARNIER, J. M. (1979): Determination of the initial ^{14}C activity of the total dissolved carbon: a review of the existing models and a new approach, *Water Resources Research*, 15 (2), p. 399-413.
- FRANKE, H. W., MÜNNICH, K. O. et VOGEL, J. C. (1958): Auflösung und Abscheidung von Kalk- ^{14}C Datierung von Kalkabscheidungen, *Die Höhle*, 9, p. 1-5.
- GASCOYNE, M. et NELSON, D. E. (1983): Growth mechanisms of recent speleothems from Castleguard Cave, Columbia Icefields, Alberta, Canada, inferred from a comparison of uranium-series and carbon-14 age data, *Arctic and Alpine Research*, 15, p. 537-542.
- GEWELT, M. (1978): *Géomorphologie et paléoclimatologie isotopique dans le Vallon des Chantoirs*, Mémoire de Licence en Sciences, Université de Liège, Faculté des Sciences: 213 p.
- (1981): Les variations isotopiques du carbone et de l'oxygène dans une stalagmite de la Grotte de Remouchamps (Belgique). Méthodes et premiers résultats, *Annales de la Société géologique de Belgique*, 104, p. 269-279.
- (1985): Cinétique du concrétionnement dans quelques grottes belges: apport des datations ^{14}C et $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$, *Annales de la Société géologique de Belgique*, 108, p. 267-273.
- (1986a): Datations ^{14}C de concrétions de grottes belges: vitesses de croissance durant l'Holocène et implications paléoclimatiques, in *New directions in Karst*, Proceedings Karst Symposium, Oxford, 1983, K. Paterson et M. Sweeting, édit., Geo Books/Geo Abstracts Ltd, Norwich, p. 289-317, sous presse.
- (1986b): *Datations ^{14}C et $^{230}\text{Th}/^{234}\text{U}$. Application aux concrétions stalagmitiques. Apports géomorphologiques et paléoclimatiques*, Thèse de doctorat en Sciences, Université de Liège, en préparation.
- GEWELT, M., GASCOYNE, M., QUINIF, Y. et CANTILLANA, R. (1984): Les datations radiométriques, in «Le Karst belge», *Kölner geographische Arbeiten*, 45, p. 95-104.
- GEYH, M. A. (1970): Zeitliche Abgrenzung von Klimaänderungen mit ^{14}C Daten von Kalksinter und organischen Substanzen, *Beihefte Geologische Jahrbuch*, 98, p. 15-22.
- (1972): Basic studies in hydrology and ^{14}C and ^3H measurements, *Proceedings 24th International Geological Conference*, Montréal, Sect. 11, p. 227-234.
- GEYH, M. A. et SCHILLAT, B. (1966): Messungen der Kohlenstoffisotopen-häufigkeit von Kalksinterproben aus der Langenfelder Höhle, *Der Aufschluss*, 12, p. 315-323.
- GILOT, E., MUNAUT, A. V., COÛTEAUX, M., HEIM, J., CAPRON, P. et MULLENDERS, W. (1969): Datations ^{14}C et palynologie, en Belgique et dans les régions voisines, *Bulletin de la Société belge de Géologie, de Paléontologie et d'Hydrologie*, 78 (1), p. 21-29.
- GODWIN, H. (1962): Half-life of radiocarbon, *Nature*, 195, p. 984.
- HENDY, C. H. (1970): The use of $\text{C}14$ in the study of cave processes, in *Radiocarbon variations and absolute chronology*, Proceedings 12th Nobel Symposium, Uppsala, 1969, I.U. Olsson edit., John Wiley & Sons, New York, p. 419-443.
- HURTGEN, C., GEWELT, M. et HOFKENS, K. (1985): A new radiochemical procedure for U-series dating of speleothems, Communication presented at the Karlsruhe International Conference on Analytical Chemistry in Nuclear Technology (June 3-6, 1985), Abstract + 8 p.
- LABEYRIE, J., DUPLESSY, J. C., DELIBRIAS, G. et LÉTOLLE, R. (1967): Étude des températures des climats anciens par la mesure de l'oxygène 18, du carbone 13 et du carbone 14 dans les concrétions des cavernes, in *Radioactive dating and method of low-level counting*, I.A.E.A., Vienne, p. 153-160.
- MUNAUT, A. V. (1967): Recherches paléo-écologiques en Basse et Moyenne-Belgique, *Acta Geographica Lovaniensia*, 6, 191 p.
- PEARSON, F. J., Jr. (1965): Use of $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ ratios to correct radiocarbon ages of material initially diluted by limestone, in *Proceedings 6th International Conference on Radiocarbon and Tritium Dating*, R. Chatters, édit., Pulman, Washington, p. 357-366.
- PEARSON, F. J., Jr. et HANSHAW, B. B. (1970): Sources of dissolved species in groundwater and their effects on ^{14}C dating, in *Isotope Hydrology*, I.A.E.A., Vienne, p. 271-286.
- QUINIF, Y., DUPUIS, C., BASTIN, B. et JUVIGNÉ, E. (1979): Étude d'une coupe dans les sédiments quaternaires de la Grotte de la Vilaine Source (Arbre, Belgique), *Annales de la Société géologique de Belgique*, 102 (1), p. 229-241.
- STUIVER, M. et POLACH, H. A. (1977): Discussion-Reporting of ^{14}C data, *Radiocarbon*, 19 (3), p. 355-363.
- Suess, H. (1970): Bristlecone-pine calibration of the radiocarbon time scale 5200 BC to the present, in *Radiocarbon variations and absolute chronology*, Proceedings 12th Nobel Symposium, Uppsala, 1969, I.U. Olsson, édit., John Wiley & Sons, New York, p. 303-311.
- TALMA, A. S., VOGEL, J. C. et PARTRIDGE, T. C. (1974): Isotopic contents of some Transvaal speleothems and their paleoclimatic significance, *South African Journal of Science*, 70, p. 135-140.
- THORPE, P. M., HOLYOAK, D. T., PREECE, R. C. et WILLING, M. J. (1981): Validity of corrected ^{14}C dates from calcareous tufa, *Actes du Colloque de l'A.G.F. «Formations carbonatées externes, tufs et travertins»*, Paris, p. 151-156.
- VAN ZEIST, W. (1955): Some radio-carbon dates from the raised bog near Emmen (Netherlands), *Palaeohistoria*, 4, p. 113-118.
- VOGEL, J. C. (1970): ^{14}C dating of groundwater, in *Isotope Hydrology*, I.A.E.A., Vienne, p. 225-239.
- (1983): ^{14}C variations during the upper Pleistocene, *Radiocarbon*, 25 (2), p. 213-218.
- YONGE, C. J., FORD, D. C., GRAY, J. et SCHWARCZ, H. P. (1985): Stable isotope studies of cave seepage water, *Chemical Geology (Isotope Geoscience Section)*, 58, p. 97-105.